

U.S. Dept. of Commerce - Patent and
Trademark Office
Washington, DC 20231
TECHNOLOGY CENTER 1600
Art Unit 1615

Official Fax Numbers: (703) 305-3592 and (703) 308-4556
Unofficial Fax Number: (703) 308-7922

Fax

To: Translations Branch

From: Examiner Alysia Berman

Fax: 308-0989

Pages: 34 (including cover sheet)

Phone: 308-0881

Date: 01/17/02

Re: 09/884949

CC:

Urgent **For Review** **Please Comment** **Please Reply** **Please Recycle**

● **Comments:** IF YOU DO NOT RECEIVE A LEGIBLE COPY OR IF YOU DO NOT RECEIVE ALL OF THE PAGES, MY TELEPHONE NUMBER IS (703) 308-4638. THANK YOU.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-61907

(43)公開日 平成7年(1995)3月7日

(51)Int.Cl.
A 61 K 7/00

識別記号
N
B
C
J

F I

技術表示箇所

7/02

審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全 11 頁) 最終頁に統く

(21)出願番号 特願平5-209493

(22)出願日 平成5年(1993)8月24日

(71)出願人 000000918
花王株式会社
東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
(72)発明者 塩屋 靖
千葉県千葉市花見川区朝日ヶ丘1-3 花
王寮234号
(72)発明者 進邦 恒雄
千葉県松戸市根本内123-1 ライオンズ
マンション北小金206号室
(72)発明者 山木 和広
千葉県船橋市習志野台1-21-25-305
(74)代理人 弁理士 有賀 三幸 (外3名)

(54)【発明の名称】 油中水型乳化組成物

(57)【要約】

【構成】 (A)表面をジメチルポリシロキサンで処理した疎水化シリカ0.1~10重量%、(B)ポリオキシアルキレン変性シリコーン、アルキルグリセリルエーテル変性シリコーン及びポリエーテル・アルキル変性シリコーンからなる群より選ばれる一種又は二種以上0.05~10重量%、(C)油剤5~90重量%及び(D)水10~90重量%を含有する油中水型乳化組成物。

【効果】 この油中水型乳化組成物は、油剤中にシリコーン油を多くの割合で含んでいても、乳化状態が良好で温度による影響を受けず、経時安定性にも優れている。また良好な感触や使用性を有するため、化粧料などの基剤として好適であり、きわめて有用性の高いものである。

1

【特許請求の範囲】

(A) 表面をジメチルポリシロキサンで処理した疎水化シリカ
0.1～10重量%、
(B) ポリオキシアルキレン変性シリコーン、アルキルグリセリルエーテル変性シリコーン及びポリエーテル・アルキル変性シリコーンからなる群より選ばれる
一種又は二種以上
0.05～10重量%、
(C) 油剤
5～90重量%、
(D) 水
10～90重量%

を含有することを特徴とする油中水型乳化組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は油中水型乳化組成物に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】一般に、油中水型(W/O型)乳化組成物は、連続相が油相であるため、化粧料等に用いた場合にはべたついたりして使用感が悪いという欠点があった。そこで、さっぱりとした使用感や、耐油性・耐水性を得る目的で油剤としてシリコーン油を配合することが行われてきたが、シリコーン油を含む油相は分離等を生じやすく安定性に劣る※

(A) 表面をジメチルポリシロキサンで処理した疎水化シリカ
0.1～10重量%、
(B) ポリオキシアルキレン変性シリコーン、アルキルグリセリルエーテル変性シリコーン及びポリエーテル・アルキル変性シリコーンからなる群より選ばれる
一種又は二種以上
0.05～10重量%、
(C) 油剤
5～90重量%、
(D) 水
10～90重量%

を含有することを特徴とする油中水型乳化組成物を提供するものである。

【0006】本発明における(A)成分の疎水性シリカはシリカの表面をジメチルポリシロキサンにより処理して疎水性を高めたものである。尚、本発明でシリカとは二酸化ケイ素の他、ケイ酸塩、ケイ酸等を含むものである。用いられるシリカの粒径は1～200nm、特に5～50nmが好ましい。また、シリカの比表面積は170cm²/g以上であることが好ましい。

【0007】シリカの表面処理に用いられるジメチルポリシロキサンは、特に限定されないが、粘度が10～2000cs、特に50～500csのものが好ましい。また、その構造も直鎖状、分岐鎖状環状のいずれのものも使用することができる。ジメチルポリシロキサンは市販のものを用いることができ、例えば、「シリコーンオイルKF96」(信越化学(株)製、粘度100cs)等が使用される。

【0008】シリカの表面に対するジメチルポリシロキサンの処理方法としては、特に限定されないが、例えば揮発性溶媒にジメチルポリシロキサンとシリカを分散、攪拌し、次いで溶媒を揮散させるといった公知の方法が★

2

* * 【請求項1】 次の成分(A)～(D)；

(A) 表面をジメチルポリシロキサンで処理した疎水化シリカ
0.1～10重量%、
(B) ポリオキシアルキレン変性シリコーン、アルキルグリセリルエーテル変性シリコーン及びポリエーテル・アルキル変性シリコーンからなる群より選ばれる
一種又は二種以上
0.05～10重量%、
(C) 油剤
5～90重量%、
(D) 水
10～90重量%

※という問題があった。

10 【0003】従って、乳化状態の経時安定性に優れ、しかも良好な感触や使用性を有する油中水型乳化組成物の開発が望まれていた。

【0004】

【課題を解決するための手段】かかる実状に鑑み、本発明者らは銳意研究を行った結果、乳化安定化剤として特定の疎水化シリカを用い、また、乳化剤として特定のシリコーン系界面活性剤を用いて、油剤と水との乳化を行えば、上記課題を解決できることを見出し、本発明を完成了した。

20 【0005】すなわち、本発明は次の成分(A)～(D)；

(A) 表面をジメチルポリシロキサンで処理した疎水化シリカ
0.1～10重量%、
(B) ポリオキシアルキレン変性シリコーン、アルキルグリセリルエーテル変性シリコーン及びポリエーテル・アルキル変性シリコーンからなる群より選ばれる
一種又は二種以上
0.05～10重量%、
(C) 油剤
5～90重量%、
(D) 水
10～90重量%

★挙げられる。

30 【0009】また、シリカの表面に対するジメチルポリシロキサンの処理量は被処理対照であるシリカに対して0.1～50重量%、特に1～30重量%が好ましい。

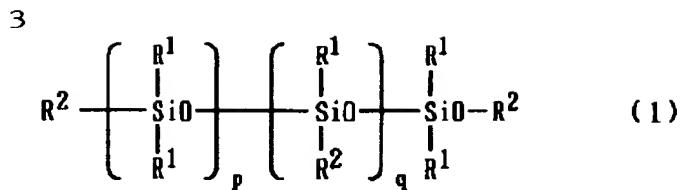
【0010】本発明において、(A)成分の疎水化シリカは市販のものを用いることができ、例えば「エロジルRY200」(日本エロジル(株)製)等が使用される。

【0011】かかる(A)成分の疎水化シリカは乳化安定性、製品系の粘度を考慮すると、本発明油中水型乳化組成物中に0.1～10重量% (以下、単に「%」で示す)、好ましくは0.2～5%配合される。また、組成物中の油相成分と(A)成分の疎水化シリカとの比が重量比で500:1～1:1となるのが好ましい。

【0012】更に、本発明における(B)成分中、ポリオキシアルキレン変性シリコーンとしては、例えば次の一般式(1)で表わされるものが好ましいものとして挙げられる。

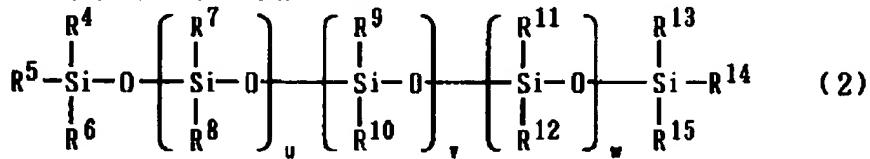
【0013】

【化1】

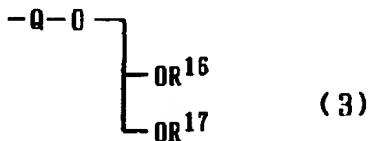


【0014】〔式中、R¹は同一でも異なってもよく、それぞれメチル基又はフェニル基を、R²は同一でも異なるてもよく、それぞれメチル基、基R³ (OC₃H₆)_r (OC₂H₄)_sO (CH₂)_t (R³は水素原子又は炭素数1~12のアルキル基を、tは1~5の数を、r及びsは平均値で、それぞれ0~35の数を示す)又はフェニル基を示す。但し、R²のうちの少なくとも1つは基R³ (OC₃H₆)_r (OC₂H₄)_sO (CH₂)_tを示し、残余はメチル基又はフェニル基を示す。p及びqは平均値で、pは1~200の数を、qは0~50の数を示す〕

【0015】かかるポリオキシアルキレン変性シリコーン(1)



〔式中、R⁴~R¹⁵のうち、少なくとも1つは次式(3)〕



【0018】(式中、Qは炭素数3~20の二価炭化水素基を示し、R¹⁶及びR¹⁷はそれぞれ水素原子又は炭素数1~5の炭化水素基を示し、そのうち少なくとも一方は水素原子である)で表わされる基であり、残りが炭素数1~30の直鎖、分岐鎖もしくは環状の炭化水素基又は次式(4)

【0019】

【化3】-X-R¹⁸ (4)

【0020】(式中、Xはエーテル結合及び/又はエステル結合を含む二価炭化水素基を、R¹⁸は炭素数1~30の直鎖、分岐鎖又は環状の炭化水素基を示す)で表わされる基であり、u、v及びwは0以上2000以下の数を示し、u+v+w=0のときR⁴~R⁶、R¹³~R¹⁵のうち、少なくとも1つは基(3)を示す。ただし、R⁴~R¹⁵のうち1つが、QがトリメチレンでR¹⁶及びR¹⁷が共に水素原子である基(3)であり、かつ残り全てがメチル基である場合を除く)

【0021】上記の一般式(2)において、Qで示される炭素数3~20の二価炭化水素基としては、トリメチレン、テトラメチレン、ペンタメチレン、ヘキサメチレン、

*ン(1)は市販されているものを使用することができ、その具体例としては、東レ・シリコーン社から販売されている「SH3775E」(ポリエーテル変性シリコーン)、信越シリコーン(株)から販売されている「KF6015」(ポリエーテル変性シリコーン)などが挙げられる。

【0016】また、(B)成分の乳化剤中、グリセリルエーテル変性シリコーンとしては、次の一般式(2)で表わされるものが挙げられる。

【0017】

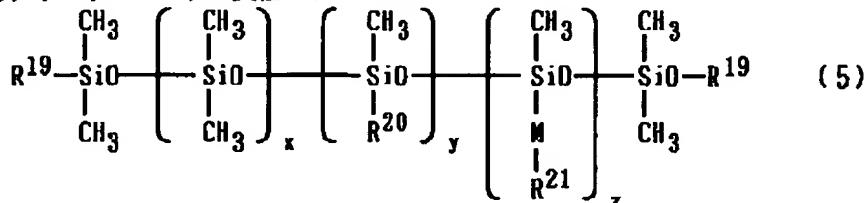
【化2】

*ン、ヘプタメチレン、オクタメチレン、ノナメチレン、デカメチレン、ウンデカメチレン、ドデカメチレン、テトラデカメチレン、ヘキサデカメチレン、オクタデカメチレン等の直鎖アルキレン基; プロピレン、2-メチルトリメチレン、2-メチルテトラメチレン、2-メチルペンタメチレン、3-メチルペンタメチレン等の分岐鎖アルキレン基等が挙げられる。R¹⁶又はR¹⁷で示される炭素数1~5の炭化水素基としては、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、イソプロピル、sec-ブチル、tert-ブチル、ネオペンチル、シクロペンチル等の直鎖、分岐鎖又は環状のアルキル基等が挙げられる。またXで示されるエーテル結合及び/又はエステル結合を含む二価炭化水素基としては

【0022】-(CH₂)_a-(OC₂H₄)_b-(OC₃H₆)_c-O- (ここでb及びcは0以上50以下の数、aは3以上20以下の整数)、-(CH₂)_a-O-CO-、-(CH₂)_a-COO-等が挙げられる。更に炭素数1~30の直鎖、分岐鎖又は環状の炭化水素基としては、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、オクチル、デシル、ドデシル、テトラデシル、

ヘキサデシル、オクタデシル、イコシル、ドコシル、テトラコシル、ヘキサコシル、オクタコシル、トリアコンチル等の直鎖アルキル基；イソプロピル、sec-ブチル、tert-ブチル、ネオペンチル、1-エチルプロピル、1-ヘプチルデシル等の分岐鎖アルキル基；シクロペンチル、シクロヘキシル、アビエチル、コレステリル等の環状アルキル基などが挙げられる。そして、u、v及びwは、原料となるオルガノハイドロジェンポリシリキサンの入手のしやすさ、製造時の操作性などの点から、0以上2000以下の範囲とすることが好ましい。

【0023】かかるグリセリルエーテル変性シリコーン*



【0026】〔式中、R¹⁹は炭素数1～5の炭化水素基を示し、R²⁰は炭素数6～16の炭化水素基を示し、Mはアルキレン基を示し、R²¹は基-(OC₂H₄)_m-(OC₃H₆)_nOR²² (R²²は水素原子又は低級アルキル基を示し、m及びnはm≥nで、かつ-(OC₂H₄)_m-(OC₃H₆)_nの分子量が600～3500となる数を示す)を示し、zは1～3の数を示し、x及びyは、x<3yで、かつx+y+z=30～400となる数を示す。但し、-(OC₂H₄)_m-(OC₃H₆)_nの総重量はポリエーテル・アルキル変性シリコーン全重量の1/3を超えない〕

【0027】(B)成分のポリエーテル・アルキル変性シリコーンの一例を表わす(5)式中、R¹⁹の炭素数1～5の炭化水素基としては、アルキル又はアルケニル基、例えばメチル基、エチル基、イソプロピル基、ブチル基、ペンチル基、又はビニル基等が挙げられ、このうち特にメチル基が好ましい。

【0028】また、(5)式中、R²⁰の炭素数6～16の炭化水素基として好ましいものとしては、例えばヘキシル基、ペプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、テトラデシル基、ヘキサデシル基等の直鎖アルキル基、イソオクチル基、sec-oクチル基、2-エチルヘキシル基等の分岐鎖アルキル基等が挙げられ、このうち特にドデシル基が好ましい。尚、本発明においてy>1である場合、それぞれのR²⁰は同一の基であっても二種以上の異なる基の組み合わせであってもよい。

【0029】(5)式中、Mのアルキレン基としては、例えばメチレン基、エチレン基、プロピレン基、トリメチレン基、ブチレン基等が挙げられ、このうち特にプロピレン基、トリメチレン基が好ましい。

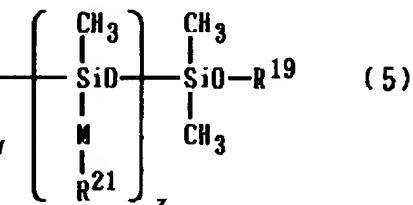
【0030】(5)式中、R²¹は基-(OC₂H₄)_m-(OC₃H₆)_nOR²²を示す。ここで、R²²としては

* (2)は、例えば特開平4-108795号公報に記載の方法により製造することができる。

【0024】また、(B)成分の乳化剤中、ポリエーテル・アルキル変性シリコーンとは、1分子中にポリオキシアルキレン基と炭素数6～16の炭化水素基を有する変性シリコーンをいい、例えば次の式(5)で表わされるものであり、その製造法は例えば特公昭63-36620号公報に記載されている。

【0025】

【化4】



※水素原子又はメチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基等の低級アルキル基が挙げられる

20 が、このうち特に水素原子が好ましい。また、m及びnはm≥nであり、かつ-(OC₂H₄)_m-(OC₃H₆)_nの分子量が600～3500となる数を示すが、本発明におけるm及びnの値の特に好ましい例としては、m=15でn=0；m=n=18；m=n=25；あるいはm=29でn=7が挙げられる。

【0031】また、(5)式中、zは1～3の数を示し、x及びyはx<3yであり、かつx+y+z=30～400となる数を示すが、xは0～100、特に0が好ましく、yはy+z=30～70となる数が好ましく、zは2以下が好ましい。

【0032】尚、本発明においては、最終的に-(OC₂H₄)_m-(OC₃H₆)_nの総重量がポリエーテル・アルキル変性シリコーン(5)の総重量の1/3を超えてはならない。

【0033】かかる、ポリエーテル・アルキル変性シリコーン(5)は市販されているものを使用することができ、その具体例としては東レ・ダウコーニング・シリコーン(株)から販売されている「DC Q2-5200」(ラウリルメチコンコポリオール；式(5)でR¹⁹=CH₃、R²⁰=C₁₂H₂₅、x=0)、グレン(G1e n n)社より販売されている「アビル(AB1L)B9806」(セチルジメチコンコポリオール；式(5)でR¹⁹=CH₃、R²⁰=C₁₆H₃₃、x=0)などが挙げられる。

【0034】本発明において、これらの(B)成分の変性シリコーンは単独で又は二種以上を組み合わせて用いることができ、乳化安定性及び使用感の面から、本発明油中水型乳化組成物中に0.05～10%、好ましくは0.1～6%配合される。

【0035】本発明に用いられる(C)成分の油剤とし

ては、通常化粧料などに用いられるものであれば特に限定されず、天然動・植物由来又は合成された、液状油、ペースト状油又は固形状油のいずれをも使用することができる。具体的には、ジメチルポリシロキサン、ジメチルシクロポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、オクタメチルシクロペニタシロキサン、デカメチルシクロペニタシロキサン等の(B)成分以外のシリコーン油；アボガド油、ツバキ油、マカデミアナッツ油、オリーブ油、ホホバ油等の植物油；オレイン酸、イソステアリン酸等の脂肪酸；ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール等のアルコール類；2-エチルヘキサン酸セチル、パルミチン酸-2-エチルヘキシル、ミリスチン酸-2-オクチルドデシル、ジ-2-エチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール、トリ-2-エチルヘキサン酸グリセロール、オレイン酸-2-オクチルドデシル、ミリスチン酸イソプロピル、トリイソステアリン酸グリセロール、トリ-2-エチルヘキサン酸グリセロール、オレイン酸-2-オクチルドデシル、ミリスチン酸イソプロピル、トリイソステアリン酸グリセロール、2-エチルヘキサン酸ジグリセリド、ジ-パラメトキシケイヒ酸-モノ-2-エチルヘキサン酸グリセリル等のエステル類；グリセライド類；流動パラフィン、スクワレン、スクワラン等の液状炭化水素油などが挙げられる。特に油剤として、揮発性シリコーンやイソパラフィン等の低沸点炭化水素油等の揮発性油剤を配合すると、べたつきがなく、のびがなめらかになり、また使用後に揮発して肌に残らず、仕上り膜の密着性と持続性が高められるので好ましい。

【0036】本発明において、これらの(C)成分の油剤は単独で又は二種以上を組み合わせて用いることができ、その配合量も乳化組成物に用いられる量であれば特に限定されないが、使用感及び製品の安定性の面から、通常本発明の油中水型乳化組成物中に5~90%、好ましくは20~60%配合される。

【0037】また、(D)成分の水は乳化安定性及び使用感の面から、本発明油中水型乳化組成物中に10~90%、好ましくは30~80%配合される。

【0038】更に、本発明の油中水型乳化組成物には、本発明の効果を損わない範囲において、上記必須成分以外の通常化粧品、医薬部外品、医薬品等に用いられる各種任意成分を適宜配合することができる。かかる任意成分としては、例えば精製水、エタノール、保湿剤、増粘剤、防腐剤、薬効成分、粉体、紫外線吸収剤、色素、香料、乳化安定剤、pH調整剤等を挙げることができる。具体的には、保湿剤としてはソルビトール、キシリトール、グリセリン、マルチトール、プロピレングリコ

ル、1,3-ブチレングリコール、1,4-ブチレングリコール、ピロリドンカルボン酸ナトリウム、乳酸、乳酸ナトリウム、ポリオキシプロピレン脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール、セラミド等が挙げられ、増粘剤としてはカルボキシビニルポリマー、カルボキシメチルセルロース、ポリビニルアルコール、カラギーナン、ゼランチン等の水溶性高分子、塩化ナトリウム、塩化カリウム、硫酸マグネシウム等の電解質などが挙げられ、防腐剤としては尿素、メチルパラベン、エチルパラベン、プロピルパラベン、ブチルパラベン、安息香酸ナトリウム等が挙げられ、粉体としてはタルク、セリサイト、マイカ、カオリン、ベントナイト、バーミキュライト、亜鉛華、雲母、雲母チタン、酸化チタン、酸化マグネシウム、酸化ジルコニア、硫酸バリウム、ベンガラ、酸化鉄、群青等が挙げられ、pH調整剤としては乳酸-乳酸ナトリウム、クエン酸-クエン酸ナトリウム等の緩衝剤、パーソールMCX、パーソール1789、エスカロール507等の紫外線吸収剤、アスコルビン酸誘導体等の薬効成分が挙げられる。

【0039】本発明の油中水型乳化組成物は常法に従つて製造することができる。また、本発明の対象となる油中水型乳化組成物は一般的の皮膚化粧料に限定されるものではなく、医薬部外品、外用医薬品等を包含するものであり、その剤型もその目的に応じて任意に選択することができ、クリーム状、軟膏状、乳液状、ゲル状、パック状、スティック状等とすることができる。

【0040】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明をさらに説明するが、本発明は、これら実施例に限定されるものではない。

【0041】実施例1

表2及び表3に示す組成の油中水型乳化組成物を調製し、次の基準により、乳化安定性及び使用テストによる官能面から評価を行った。結果を表2及び表3に示す。

【0042】

【表1】評価基準
(乳化安定性評価)

○：変化なし

△：僅かに分離・凝集発生

×：分離・凝集

(感触・のびのよさ)

○：良好

△：やや劣る

×：劣る

【0043】

【表2】

成 分	本発明品				
	A	B	C	D	E
(1)ジメチルポリシロキサン (6cs)	10	10	10	10	10
(2)オクタメチルシクロヘキサシロキサン	15	15	15	15	15
(3)スクワラン	8	8	8	8	8
(4)ワセリン	2	2	2	2	2
(5)ポリオキシアルキレン変性シリコーン ^{*1}	8.0	—	0.5	0.5	3.0
(6)アルキルグリセリルエーテル変性シリコーン ^{*2}	—	3.0	1.0	—	—
(7)疎水化シリカ (アエロジルRY200、日本アエロジル(株)製)	0.5	5.0	3.0	1.0	2.0
(8)疎水化シリカ ^{*3} (アエロジルR812、デグサ社製(独))	—	—	—	—	—
(9)無水シリカ (アエロジル200、デグサ社製(独))	—	—	—	—	—
(10)セレシン	—	—	—	—	—
(11)グリセリン	10	10	10	10	10
(12)エタノール	5	5	5	5	5
(13)イオン交換水	残量	残量	残量	残量	残量
乳化安定性	(1ヶ月、-5℃)		○	○	○
	(1ヶ月、40℃)		○	○	○
感触・のびのよさ		○	○	○	○

【0044】

* * 【表3】

成 分	比較品					
	F	G	H	I	J	K
(1)ジメチルポリシロキサン(6cs)	10	10	10	10	10	10
(2)オクタメチルシクロヘキサシロキサン	15	15	15	15	15	15
(3)スクワラン	8	8	8	8	8	8
(4)ワセリン	2	2	2	2	2	2
(5)ポリオキシアルキレン変性シリコーン ¹	0.01	3.0	6.0	0.5	0.5	0.5
(6)アルキルグリセリルエーテル変性シリコーン ²	—	—	—	1.0	1.0	1.0
(7)疎水化シリカ(アエロジルRY200、日本アエロジル(株)製)	2.0	0.01	15.0	—	—	—
(8)疎水化シリカ(アエロジルR812、デグサ社製(独)) ³	—	—	—	3.0	—	—
(9)無水シリカ(アエロジル200、デグサ社製(独))	—	—	—	—	3.0	—
(10)セレシン	—	—	—	—	—	3.0
(11)グリセリン	10	10	10	10	10	10
(12)エタノール	5	5	5	5	5	5
(13)イオン交換水	残量	残量	残量	残量	残量	残量
乳化安定性	(1ヶ月、-5℃)		×	×	○	△
	(1ヶ月、40℃)		×	×	○	×
感触・のびのよさ		○	○	×	○	○

【0045】表2及び表3中の注

*1: SH3775E、東レ・シリコーン社製、ポリエーテル変性シリコーン

*2: (2)式において、R⁴～R¹¹、R¹³～R¹⁵=C_{H3}、R¹²= (3)式 (Q=-C₁₁H₂₂-、R¹⁶、R¹⁷=H)、u(平均値)=0、v(平均値)=6.0、w(平均値)=4

*3: 疎水化シリカ(トリメチルシラン処理アエロジル)、デグサ社製(独)

*【0046】表2及び表3の結果から明らかな如く、本発明の油中水型乳化組成物は、経時変化がなく、安定性に優れ、しかも使用感触や使用性においても満足できるものであった。

【0047】実施例2

下記組成の保湿クリームを下記製法に従って調製した。

【0048】

【表4】

*40

(組成)	(%)
(1)イオン交換水	残量
(2)グリセリン	5.0
(3)1,3-ブタンジオール	5.0
(4)硫酸マグネシウム	0.5
(5)ホホバ油	3.0
(6)ワセリン	2.0
(7)スクワラン	5.0
(8)アミド誘導体 ⁴	3.0
(9)コレステリルイソステアレート	0.5

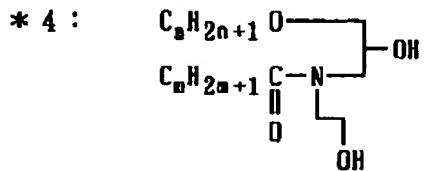
13

14

(10) イソステアリルグリセリルエーテル	0.5
(11) メチルフェニルポリシロキサン	3.0
(12) ジメチルポリシロキサン(6cs)	5.0
(13) オクタメチルシクロヘキサシロキサン	20.0
(14) 穀水化シリカ (エアロジルRY200、日本エアロジル(株)製)	3.0
(15) アルキルグリセリルエーテル変性シリコーン ⁵	1.0
(16) ポリオキシアルキレン変性シリコーン (KF6015、信越シリコーン社製、ポリエーテル 変性シリコーン)	1.0

【0049】

* * 【化5】



(n=16, m=15)

* 5 : (2) 式において、 $\text{R}^4 \sim \text{R}^{11}$ 、 $\text{R}^{13} \sim \text{R}^{15} = \text{CH}_3$ 、 $\text{R}^{12} =$ (3) 式 ($\text{Q} = -\text{C}_{11}\text{H}_{22}-$ 、 R^{16} 、 $\text{R}^{17} = \text{H}$)、

u (平均値) = 0、v (平均値) = 6.0、w (平均値) = 4

【0050】(製法)

(5)～(16)を80°Cで加熱溶解後、あらかじめ70°Cに加熱しておいた(1)～(4)を添加し乳化分散する。その後、室温まで攪拌冷却して目的の保湿クリームを得る。

※【0051】実施例3

下記組成のハンドローションを下記製法に従って調製した。

【0052】

※【表5】

(組成)	(%)
(1) イオン交換水	残量
(2) ジプロピレングリコール	5.0
(3) グリセリン	25.0
(4) 1,3-ブチレンジコール	5.0
(5) 塩化ナトリウム	2.0
(6) 防腐剤	0.1
(7) デカメチルシクロペンタシロキサン	15.0
(8) ジメチルポリシロキサン	6.0
(9) ソルビタンセスキオステアレート	2.0
(10) ポリオキシアルキレン変性シリコーン (SH3775E、東レ・シリコーン社製)	3.0
(11) スクワラン	3.0
(12) 穀水化シリカ (エアロジルRY200、日本エアロジル(株)製)	1.0
(13) 酸化防止剤	0.05
(14) 香料	0.3

【0053】(製法)

(7)～(14)を70°Cで加熱攪拌溶解後、あらかじめ70°Cに加熱しておいた(1)～(6)を添加し、乳化分散する。その後室温まで攪拌冷却して目的のハンドローションを得る。

★【0054】実施例4

下記組成の乳化ファンデーションを下記製法に従って調製した。

【0055】

★【表6】

(組成)	(%)
------	-----

	1.5	1.6
(1) イオン交換水		残量
(2) グリセリン	25.0	
(3) 硫酸マグネシウム	2.0	
(4) ヒアルロン酸ナトリウム	0.1	
(5) 防腐剤	0.3	
(6) グリセリルイソオクタネート	5.0	
(7) 疎水化シリカ (アエロジルRY200、日本アエロジル(株)製)	3.0	
(8) デカメチルシクロペンタシロキサン	10.0	
(9) ジメチルポリシロキサン(6cs)	5.0	
(10) アルキルグリセリルエーテル変性シリコーン ⁶	4.0	
(11) 防腐剤	0.1	
(12) 香料	0.3	
(13) 混合顔料(疎水化処理) セリサイト	7.4	
タルク	1.0	
酸化亜鉛	2.0	
酸化チタン	8.0	
酸化鉄黄	1.0	
酸化鉄赤	0.4	
酸化鉄黒	0.2	

【0056】*6: (2)式において、 $R^4 \sim R^{11}$, $R^{13} \sim R^{16} = CH_3$ 、 $R^{12} = (3)$ 式 ($Q = -C_{11}H_{22} -$ 、 $R^{16} = H$)、 u (平均値) = 0、 v (平均値) = 6.0、 w (平均値) = 4

【0057】(製法)

(6)～(12)を70℃で加熱攪拌溶解後(13)を添加分散し、あらかじめ70℃に加熱しておいた(1)＊

(組成)	(%)
(1) イオン交換水	残量
(2) ジプロピレングリコール	10.0
(3) 硫酸マグネシウム	2.0
(4) 防腐剤	0.3
(5) デカメチルシクロペンタシロキサン	15.0
(6) ジメチルポリシロキサン	5.0
(7) 流動パラフィン	3.0
(8) ポリオキシアルキレン変性シリコーン (SH3775E、東レ・シリコーン社製)	1.5
(9) ポリオキシアルキレン変性シリコーン (KF6015、信越シリコーン(株)製)	1.5
(10) パルミチン酸	0.5
(11) 酸化防止剤	0.05
(12) 香料	0.3
(13) 疎水化シリカ (アエロジルRY200、日本アエロジル(株)製)	5.0
(14) 混合顔料 セリサイト	8.03
酸化チタン	6.0
酸化鉄黄	0.6
酸化鉄赤	0.25

*～(5)を添加し乳化分散する。その後室温まで攪拌冷却して目的の乳化ファンデーションを得る。

【0058】実施例5

下記組成の乳化ファンデーションを下記製法に従って調製した。

【0059】

【表7】

17

酸化鉄黒

【0060】(製法)

(5)～(13)を70℃で加熱攪拌溶解後(14)を添加分散し、あらかじめ70℃に加熱しておいた(1)～(4)を添加し乳化分散する。その後室温まで攪拌冷却して目的の乳化ファンデーションを得る。

*

(組成)	(%)
(1) イオン交換水	残量
(2) 硫酸マグネシウム	0.5
(3) 1,3-ブチレングリコール	10.0
(4) ポリエチレングリコール(M=400)	10.0
(5) 防腐剤	0.2
(6) セチルイソオクタネート	2.0
(7) オクタメチルシクロテトラシロキサン	2.0
(8) デカメチルシクロヘンタシロキサン	5.0
(9) ジメチルポリシロキサン(6cs)	5.0
(10) 流動パラフィン(120cs)	3.0
(11) ジオクタデシルジメチルアンモニウムクロライド	0.2
(12) スクワラン	1.5
(13) オレイルアルコール	0.5
(14) ステアリン酸	0.5
(15) アルキルグリセリルエーテル変性シリコーン*	4.0
(16) 硫水化シリカ (アエロジルRY200、日本アエロジル(株)製)	1.0
(17) 香料	0.3
(18) 混合顔料	
微粒子酸化チタン	3.0
コバルトチタネット	0.5
タルク	1.5
ナイロンパウダー(粒径5ミクロン)	1.0

【0063】*7: (2)式において、 $R^4 \sim R^{11}$, $R^{13} \sim R^{15} = CH_3$, $R^{12} = (3)$ 式($Q = -C_{11}H_{22} - R^{16}$, $R^{17} = H$)、 u (平均値) = 0、 v (平均値) = 6.0、 w (平均値) = 4

【0064】(製法)

(6)～(17)を70℃に加熱攪拌溶解後(18)を添加分散し、あらかじめ70℃に加熱しておいた(1)※

*【0061】実施例6

下記組成の化粧下地を下記製法に従って調製した。

【0062】

【表8】

(組成)	(%)
(1) イオン交換水	残量
(2) 硫酸マグネシウム	1.5
(3) プロピレングリコール	15.0
(4) 防腐剤	0.3
(5) セタノール	0.5
(6) ステアリン酸	0.5
(7) トリメチルシロキシシリケート	1.0
(8) デカメチルオクタシロキサン	15.0
(9) 流動パラフィン(70cs)	3.0
(10) オリーブ油	2.0
(11) ポリオキシアルキレン変性シリコーン (SH3775E、東レ・シリコーン社製)	8.0

【0065】実施例7

下記組成のサンスクリーンを下記製法に従って調製した。

【0066】

【表9】

19

20

(12) 硫水化シリカ (アエロジルRY200、日本エアロジル(株)製)	4.0
(13) ラノリン	1.0
(14) ビタミンEアセテート	0.1
(15) 酸化防止剤	0.05
(16) 香料	0.2
(17) 混合顔料(硫水化処理) 微粒子酸化チタン	5.0
セリサイト	9.35
酸化亜鉛	5.0
酸化鉄黄	0.5
酸化鉄赤	0.15
ナイロンパウダー(粒径5ミクロン)	5.0

【0067】(製法)

(5)～(16)を70℃に加熱攪拌溶解後(17)を添加分散し、あらかじめ70℃に加熱しておいた(1)～(4)を添加し乳化分散する。その後室温まで攪拌冷却して目的のサンスクリーンを得る。

【0068】

【発明の効果】以上詳述した如く、本発明の油中水型乳

*化組成物は、乳液状から固形状のものまで幅広い範囲の粘度領域のものを容易に調製することが可能であり、油剤中にシリコーン油を多くの割合で含んでいても、乳化状態が良好で温度による影響を受けず、経時安定性にも優れている。また良好な感触や使用性を有するため、化粧料などの基剤として好適であり、きわめて有用性の高いものである。

【手続補正書】

【提出日】平成5年9月10日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0038

【補正方法】変更

【補正内容】

【0038】更に、本発明の油中水型乳化組成物には、本発明の効果を損わない範囲において、上記必須成分以外の通常化粧品、医薬部外品、医薬品等に用いられる各種任意成分を適宜配合することができる。かかる任意成分としては、例えば精製水、エタノール、保湿剤、増粘剤、防腐剤、薬効成分、粉体、紫外線吸収剤、色素、香料、乳化安定剤、pH調整剤等を挙げることができる。具体的には、保湿剤としてはソルビトール、キシリトール、グリセリン、マルチトール、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、1,4-ブチレングリコール、ピロリドンカルボン酸ナトリウム、乳酸、乳

酸ナトリウム、ポリオキシプロピレン脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール、セラミド等が挙げられ、増粘剤としてはカルボキシビニルポリマー、カルボキシメチルセルロース、ポリビニルアルコール、カラギーナン、ゼラチン等の水溶性高分子、塩化ナトリウム、塩化カリウム、硫酸マグネシウム等の電解質などが挙げられ、防腐剤としては尿素、メチルパラベン、エチルパラベン、プロピルパラベン、ブチルパラベン、安息香酸ナトリウム等が挙げられ、粉体としてはタルク、セリサイト、マイカ、カオリン、ベントナイト、バーミキュライト、亜鉛華、雲母、雲母チタン、酸化チタン、酸化マグネシウム、酸化ジルコニア、硫酸バリウム、ベンガラ、酸化鉄、群青等が挙げられ、pH調整剤としては乳酸-乳酸ナトリウム、クエン酸-クエン酸ナトリウム等の緩衝剤、バーソールMCX、バーソール1789、エスカロール507等の紫外線吸収剤、アスコルビン酸誘導体等の薬効成分が挙げられる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

A 61 K 7/42

7/48

識別記号 庁内整理番号

F I

技術表示箇所